

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-56491

(P2000-56491A)

(43)公開日 平成12年2月25日 (2000.2.25)

(51)Int.Cl.⁷

G 0 3 G 5/06

識別記号

3 1 4

F I

G 0 3 G 5/06

マークコード^{*} (参考)

3 1 4 B 2 H 0 6 8

審査請求 未請求 請求項の数 3 FD (全 18 頁)

(21)出願番号

特願平10-234899

(22)出願日

平成10年8月7日 (1998.8.7)

(71)出願人 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(72)発明者 金丸 哲郎

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

(72)発明者 菊地 憲裕

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

(74)代理人 100081134

弁理士 狩野 有

最終頁に続く

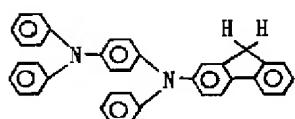
(54)【発明の名称】 電子写真感光体、該電子写真感光体を有するプロセスカートリッジ及び電子写真装置

(57)【要約】

【課題】大きな感度を有し、しかも繰り返し使用時の電位の安定の維持ができる、感光層上に保護層を設けたり、複写機やレーザービームプリンター等で感光体を長期保存しても電荷輸送層にクラックが生じたり、電荷輸送物質の結晶化等が生じない、反転現像系でも転写メモリーが生じにくい電子写真感光体を提供することである。

【解決手段】導電性支持体上に感光層を有する電子写真感光体において、該感光層が下記構造式を有するトリアリールアミン化合物を含有することを特徴とする電子写真感光体。

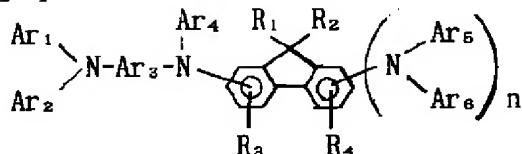
【化1】



【特許請求の範囲】

【請求項1】導電性支持体上に感光層を有する電子写真感光体において、該感光層が下記一般式(1)で示されるトルアリールアミン化合物を含有することを特徴とする電子写真感光体。一般式(1)

【化1】



式中、 $A r_1 \sim A r_6$ は、それぞれ置換基を有してもよい芳香環基または置換基を有してもよい複素環基を表わし、 $R_1 \sim R_4$ は、それぞれ、水素原子、置換基を有してもよいアルキル基、置換基を有してもよいアラルキル基、または置換基を有してもよいアリール基を表わし、 n は0または1の整数を表わす。

【請求項2】請求項1記載の電子写真感光体、及び帶電手段、現像手段、クリーニング手段からなる群より選ばれる少なくとも一つの手段を一体に支持し、電子写真装置本体に着脱自在であることを特徴とするプロセスカートリッジ。

【請求項3】請求項1記載の電子写真感光体、帶電手段、像露光手段、現像手段及び転写手段を有することを特徴とする電子写真装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は電子写真感光体並びに該電子写真感光体を備えたプロセスカートリッジ及び電子写真装置に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、電子写真感光体とあては、セレン、硫化カドミウム、酸化亜鉛等を主成分とする感光層を有するの無機感光体が広く用いられてきた。これは、ある程度の基礎特性は備えているが成膜が困難である、可塑性が悪い、製造コストが高い等の問題がある。更に無機光導電性材料は一般的に毒性が強く、製造上並びに取り扱い上にも大きな制約があった。

【0003】一方、有機光導電性化合物を主成分とする有機感光体は、無機感光体の上記欠点を補う多くの利点を有し、これまで数多くの提案がされ、実用化されてきている。用いた電子写真感光体は、有機光導電性物質の成膜性が良く、塗工によって生産できるため、極めて生産性が高く、安価な電子写真感光体を提供できる利点を有している。このような有機感光体としては、ポリ-N-ビニルカルバゾールに代表される光導電性ポリマー等と、2, 4, 7-トリニトロ-9-フルオレノン等のルイス酸とから形成される電荷移動錯体を主体とする電子写真感光体が提案されている。これらの有機光導電性ポリマーは、無機光導電性ポリマーに比べ軽量性、成膜性

等の点では優れているが、感度、耐久性、環境変化による安定性等の面で無機光導電性材料に比べて劣っており、必ずしも満足できるものではない。

【0004】一方、電荷発生機能と電荷輸送機能とをそれぞれ別々の物質に分担させた機能分離型電子写真感光体が、従来の有機感光体の欠点とされていた感度や耐久性に著しい改善をもたらした。このような機能分離型感光体は、電荷発生物質と電荷輸送物質の各々の材料選択範囲が広く、任意の特性を有する電子写真感光体を比較的容易に作成できるという利点を有している。

【0005】電荷発生物質としては、アゾ顔料、多環キノン顔料、シアニン色素、スクエアリック酸染料、ビリリウム塩系色素等が知られている。その中でもアゾ顔料は耐光性が強い、電荷発生能力が大きい、材料合成が容易等の点から多くの構造が提唱されている。

【0006】一方、電荷輸送物質としては、例えば特公昭52-4188号公報記載ピラゾリン化合物、特公昭55-42880号公報及び特開昭55-52063号公報記載のヒドラゾン化合物、特開平3-261985号公報、特開昭61-132955号公報及び特開平2-190862号記載のトリフェニルアミン化合物、特開昭54-151955号公報及び特開昭58-198043号公報記載のスチルベン化合物等が知られている。

【0007】これらの電荷輸送物質に要求されることは、(1)光及び熱に対して安定であること、(2)コロナ放電による発生するオゾン、 NO_x 、硝酸等に対して安定であること、(3)高い電荷輸送能を有すること、(4)有機溶剤、接着剤との相溶性が高いこと、(5)製造が容易で安価であること等が挙げられる。また近年の更なる高耐久化に伴い、耐久性向上のために感光層上に保護層を設けたり、複写機やレーザービームプリンター等で感光体を長期保存すること等により、電荷輸送層にクラックが生じたり、電荷輸送物質が結晶化、相分離するという現象が生じ画像欠陥になることがある。また、近年のデジタル化に対応した反転現像系では、一次帶電と転写帶電が逆極性のため、転写の有無により帶電性が異なるいわゆる転写メモリーが生じ、画像上濃度むらとして非常に現れやすくなっている。

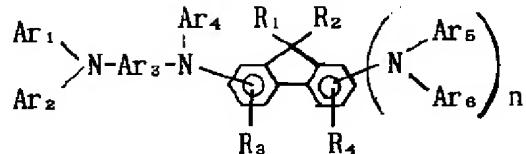
【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、大きな感度を有し、しかも繰り返し使用時の電位の安定の維持ができる、感光層上に保護層を設けたり、複写機やレーザービームプリンター等で感光体を長期保存しても電荷輸送層にクラックが生じたり、電荷輸送物質の結晶化等が生じない、反転現像系でも転写メモリーが生じにくい電子写真感光体を提供すること、製造が容易で、かつ、安価に提供できる新規な有機光導電性化合物を提供すること、また該電子写真感光体を用いたプロセスカートリッジ並びに電子写真装置を提供することである。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明は、導電性支持体上に感光層を有する電子写真感光体において、該感光層が下記一般式(1)で示されるトリアリールアミン化合物を含有することを特徴とする電子写真感光体から構成される。一般式(1)

【化2】



式中、Ar₁～Ar₆は、それぞれ置換基を有してもよい芳香環基または置換基を有してもよい複素環基を表わし、R₁～R₄は、それぞれ、水素原子、置換基を有してもよいアルキル基、置換基を有してもよいアラルキル基、または置換基を有してもよいアリール基を表わし、nは0または1の整数を表わす。

【0010】また、本発明は、前記本発明の電子写真感光体、及び帶電手段、現像手段、クリーニング手段からなる群より選ばれる少なくとも一つの手段を一体に支持し、電子写真装置本体に着脱自在であることを特徴とす

るプロセスカートリッジから構成される。

【0011】また、本発明は、前記本発明の電子写真感光体、帶電手段、像露光手段、現像手段及び転写手段を有することを特徴とする電子写真装置から構成される。

【0012】

【発明の実施の形態】一般式(1)中、Ar₁～Ar₆の表わす芳香環基としてはフェニル、ナフチル等、複素環基としてはピリジル、キノリル等が挙げられ、R₁～R₄の表わすアルキル基としては、メチル、エチル、プロ

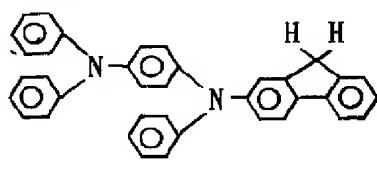
10 ビル等、アラルキル基としてはベンジル、フェネチル等、アリール基としてはフェニル、ナフチル等の基が挙げられ、これ等の基が有してもよい置換基としては、メチル、エチル、プロピル等のアルキル基、ベンジル、フェネチル等のアラルキル基、フェニル、ナフチル等のアリール基、フッ素原子、塩素原子等のハロゲン原子、水酸基等が挙げられる。

【0013】以下に一般式(1)で示される化合物についてその代表例を表1～8に掲げる、ただし、これ等の化合物に限定されるものではない。

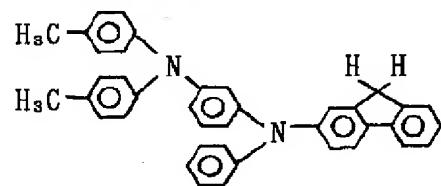
20 【0014】

【表1】

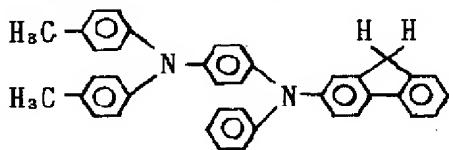
例示化合物1



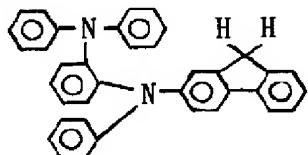
例示化合物2



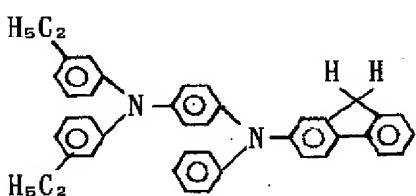
例示化合物3



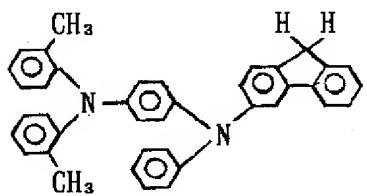
例示化合物4



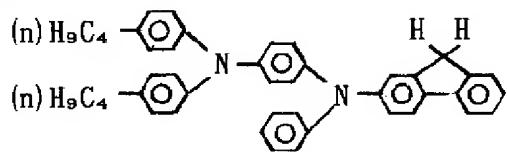
例示化合物5



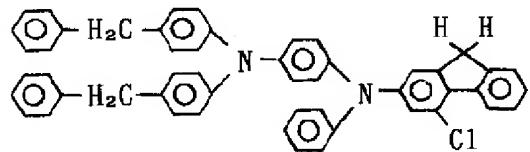
例示化合物6



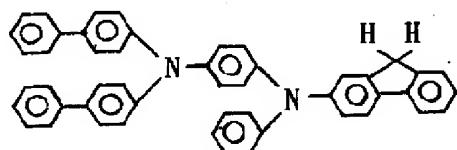
例示化合物7



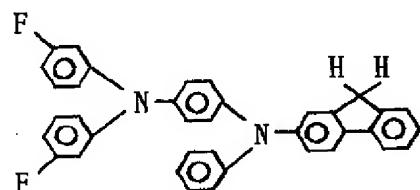
例示化合物8



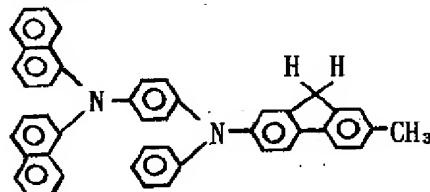
例示化合物9



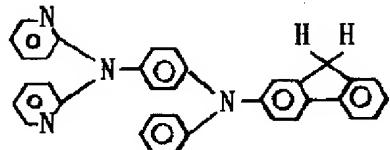
例示化合物10



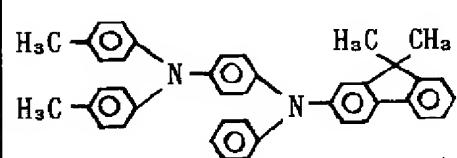
例示化合物11



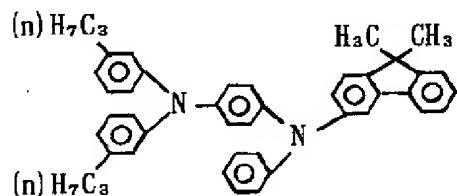
例示化合物12



例示化合物13

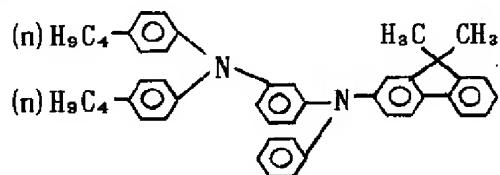


例示化合物14

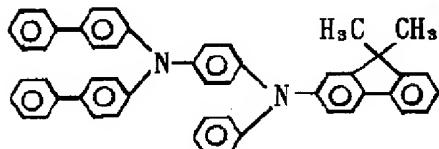


【表3】

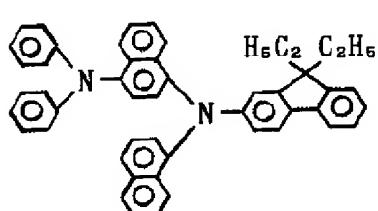
例示化合物15



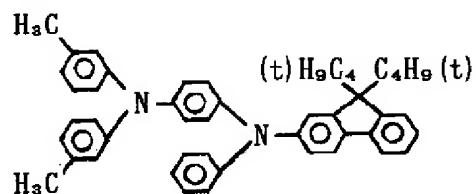
例示化合物16



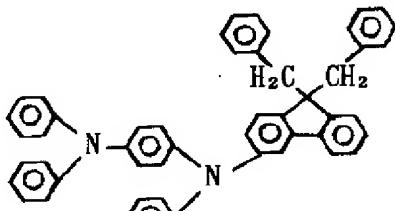
例示化合物17



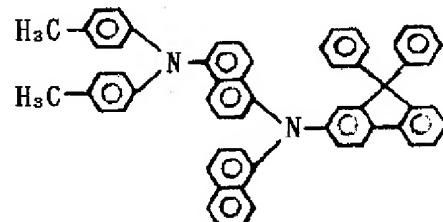
例示化合物18



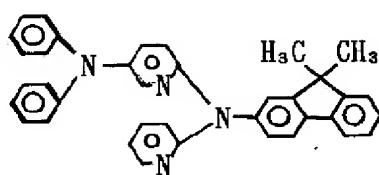
例示化合物19



例示化合物20

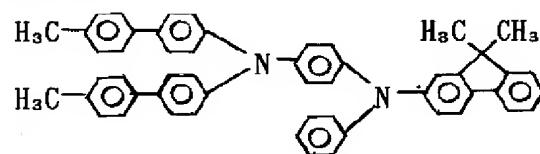


例示化合物21

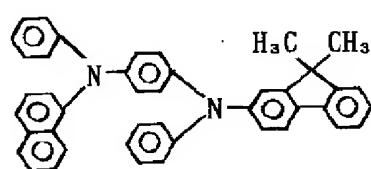


1 1

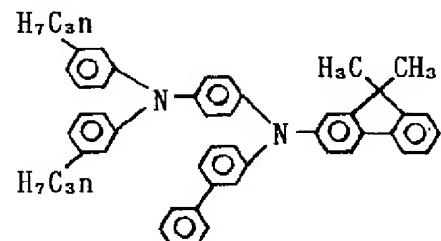
例示化合物 2 2



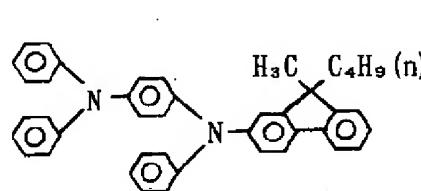
例示化合物 2 3



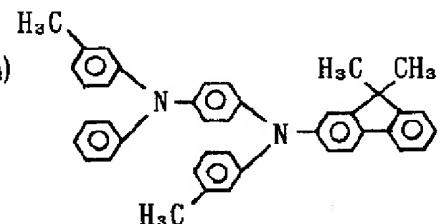
例示化合物 2 4



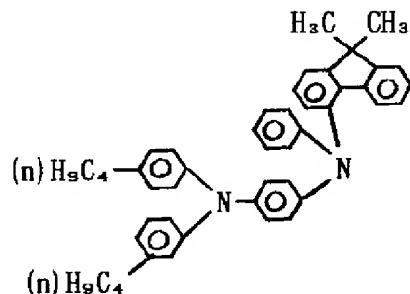
例示化合物 2 5



例示化合物 2 6

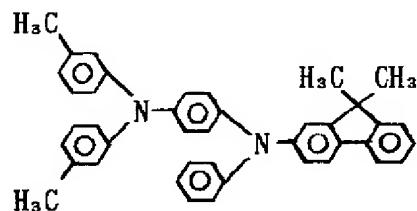


例示化合物 2 7

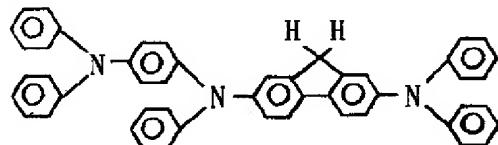


【表5】

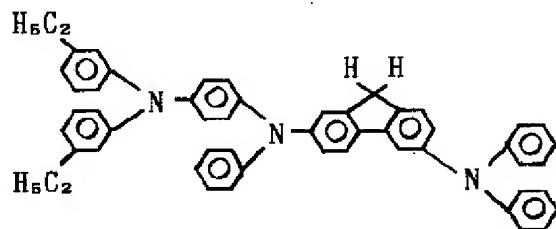
例示化合物28



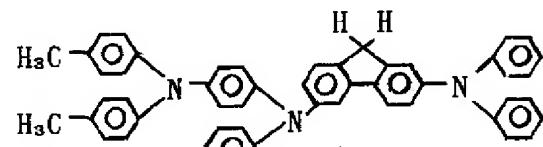
例示化合物29



例示化合物30

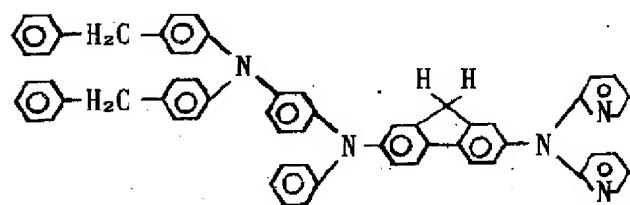


例示化合物31

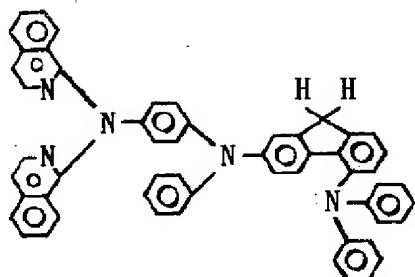


【表6】

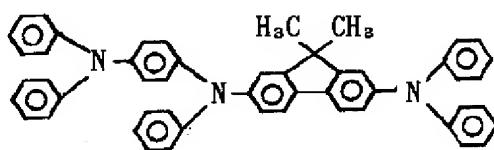
例示化合物32



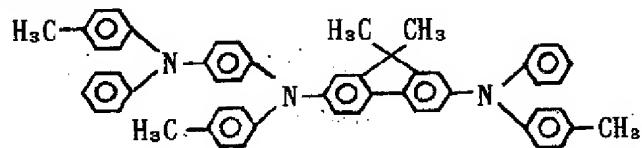
例示化合物33



例示化合物34

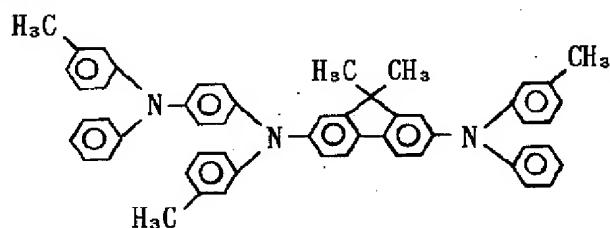


例示化合物35

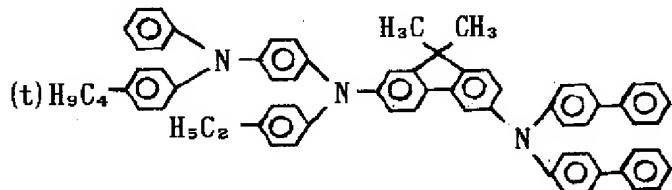


【表7】

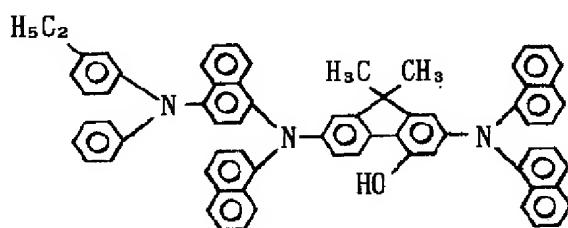
例示化合物36



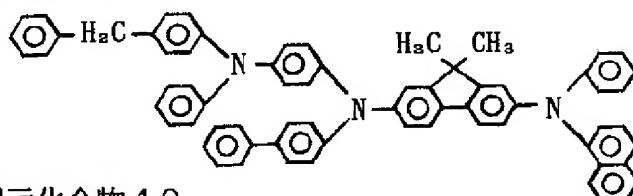
例示化合物37



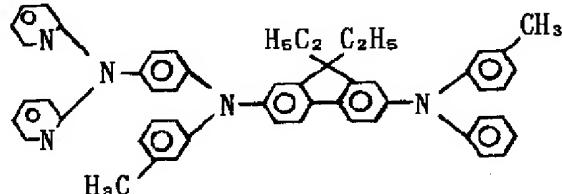
例示化合物38



例示化合物39

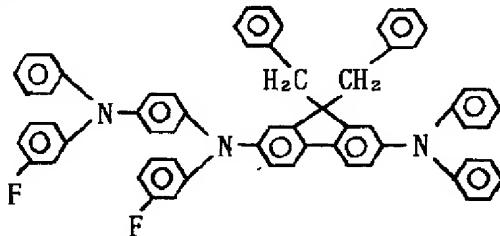


例示化合物40

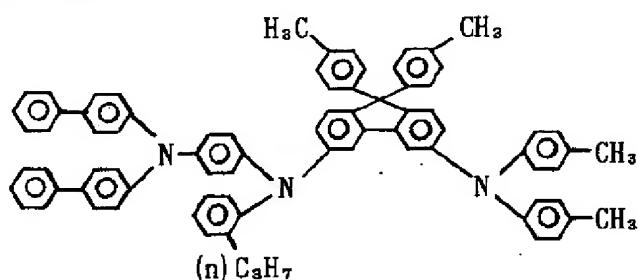


【表8】

例示化合物41



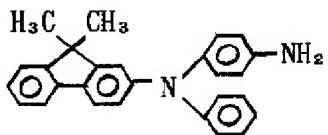
例示化合物42



【0015】合成例（例示化合物5の合成）

下記化合物10g (0.0305mol)、

【化3】



パラヨードトルエン17.5g (0.0762mol)、炭酸カリウム16.8g (0.122mol)、銅粉10.1g (0.1525mol)をジクロルベンゼン100mlに加え、攪拌下加熱還流を6時間行った。放冷後、吸引ろ過し、ろ液から減圧下で溶媒を除去した。残留物をシリカゲルカラムで分離精製し、目的化合物12.8g、収率80%を得た。

【0016】他の化合物も同様の手法で合成される。

【0017】本発明の電子写真感光体は、一般式(1)で示されるトリアリールアミン化合物からなる電荷輸送物質と適当な電荷発生物質を組み合わせて構成される。感光層の構成としては、例えば次に示す形態が挙げられる。

- (1) 電荷発生物質を含有する層/電荷輸送物質を含有する層
- (2) 電荷輸送物質を含有する層/電荷発生物質を含有する層
- (3) 電荷発生物質と電荷輸送物質を含有する層
- (4) 電荷発生物質を含有する層/電荷発生物質と電荷輸送物質を含有する層

【0018】本発明の電子写真感光体は、一般式(1) * 50

*で示されるトリアリールアミン化合物はいずれも正孔に對し高い輸送能を有するため、上記形態の感光層における電荷輸送物質として用いることができる。感光層の形態が(1)の場合は負帯電、(2)の場合は正帯電が好ましく、(3)及び(4)の場合は正、負いずれでも使用することができる。更に本発明の電子写真感光体では、接着性向上や電荷注入制限のために、感光層の表面に保護層や絶縁層を設けてもよい。なお、本発明の構成は、上記基本構成に限定されるものではない。なお、上記基本構成のうち、特に(1)の形態が好ましく、以下に、更に詳細に説明する。

【0019】本発明における導電性支持体としては、例えば下記の形態のものを挙げることができる。

- (1) アルミニウム、アルミニウム合金、ステンレス、銅等の金属を板形状またはドラム形状にしたもの。
- (2) ガラス、樹脂、紙等の非導電性支持体や前記(1)の導電性支持体上にアルミニウム、パラジウム、ロジウム、金、白金等の金属を蒸着もしくはラミネートすることにより薄膜形成したもの。
- (3) ガラス、樹脂、紙等の非導電性支持体や前記(1)の導電性支持体上に導電性高分子、酸化スズ、酸化インジウム等の導電性化合物の層を蒸着あるいは塗布することにより形成したもの。
- (4) 本発明において用いられる電荷発生物質としては、例えば下記のような物質が挙げられる。これ等の電荷発生物質は単独で用いてもよく、2種類以上組み合わせててもよい。

- (1) モノアゾ、ビスマゾ、トリスアゾ等のアゾ系顔料
- (2) インジゴ、チオインジゴ等のインジゴ系顔料

21

- (3) 金属フタロシアニン、非金属フタロシアニン等のフタロシアニン系顔料
- (4) ペリレン酸無水物、ペリレン酸イミド等のペリレン系顔料
- (5) アントラキノン、ピレンイノン等の多環キノン系顔料
- (6) スクワリリウム色素
- (7) ピリリウム塩、チオピリリウム塩類
- (8) トリフェニルメタン系色素
- (9) セレン、非晶質シリコン等の無機物質

【0021】電荷発生層は、前記のような電荷発生物質を適当な接着剤に分散し、これを導電性支持体上に塗工することにより形成することができる。また、導電性支持体上に蒸着、スパッタ、CVD等の乾式法で薄膜を形成することによっても形成することができる。

【0022】上記接着剤としては、広範囲な接着性樹脂から選択でき、例えば、ポリカーボネート、ポリエスチル、ポリアリレート、ブチラール樹脂、ポリスチレン、ポリビニルアセタール、ジアリルフタレート樹脂、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、酢酸ビニル樹脂、フェノール樹脂、シリコン樹脂、ポリスルホン、スチレン-ブタジエン共重合体、アルキッド樹脂、エポキシ樹脂、尿素樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体等が挙げられるが、これらの樹脂に限定されるものではない。これら樹脂は単独または共重合体ポリマーとして1種または2種以上混合して用いてもよい。

【0023】電荷発生層中に含有する樹脂は80重量%以下、好ましくは40重量%以下である。また、電荷発生層の膜厚は5μm以下、特には0.01~2μmの薄膜層とすることが好ましい。また、電荷発生層に種々の増感剤を添加してもよい。

【0024】電荷輸送層は、少なくとも前記一般式(1)で示されるトリアリールアミン化合物と適当な接着剤(接着性樹脂)とを組み合わせて形成することができる。ここで電荷輸送層に用いられる接着剤としては、前記電荷発生層に用いられている接着剤が挙げられ、更にポリビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセン等の光導電性高分子化合物が挙げられる。

【0025】この接着剤と一般式(1)で示されるトリアリールアミン化合物との配合割合は、接着剤100重量部あたり、トリアリールアミン化合物を10~500重量部とすることが好ましい。電荷輸送層は、電荷発生層と電気的に接続されており、電界の存在下で電荷発生層から注入された電荷キヤリアを受け取るとともに、これらの電荷キヤリアを表面まで輸送できる機能を有している。この電荷輸送層は電荷キヤリアを輸送できる限界があるので、必要以上に膜厚を厚くすることができないが、5~40μm、特には10~30μmの範囲が好ましい。

【0026】更に、電荷輸送層中に酸化防止剤、紫外線

22

吸収剤、可塑剤または公知の電荷輸送物質を必要に応じて添加することもできる。

【0027】このような電荷輸送層を形成する際は、適当な有機溶媒を用い、浸漬コーティング法、スプレーコーティング法、スピナーコーティング法、ローラーコーティング法、マイヤーバーコーティング法、ブレードコーティング法等のコーティング法を用いて行うことができる。

【0028】次に、本発明のプロセスカートリッジ並びに電子写真装置について説明する。図1に本発明の電子写真感光体を有するプロセスカートリッジを有する電子写真装置の概略構成を示す。図において、1はドラム状の本発明の電子写真感光体であり、軸2を中心に矢印方向に所定の周速度で回転駆動される。感光体1は回転過程において、一次帯電手段3によりその周面に正または負の所定電位の均一帯電を受け、次いで、スリット露光やレーザービーム走査露光等の像露光手段(不図示)からの画像露光光4を受ける。こうして感光体1の周面に静電潜像が順次形成されていく。

【0029】形成された静電潜像は、次いで現像手段5によりトナー現像され、現像されたトナー現像像は、不図示の給紙部から感光体1と転写手段6との間に感光体1の回転と同期取りされて給送された転写材7に、転写手段6により順次転写されていく。像転写を受けた転写材7は感光体面から分離されて像定着手段8へ導入されて像定着を受けることにより複写物(コピー)として装置外へプリントアウトされる。像転写後の感光体1の表面は、クリーニング手段9によって転写残りトナーの除去を受けて清浄面化され、更に前露光手段(不図示)からの前露光光10により除電処理がされた後、繰り返し画像形成に使用される。なお、一次帯電手段3が帯電ローラー等を用いた接触帯電手段である場合は、前露光は必ずしも必要ではない。

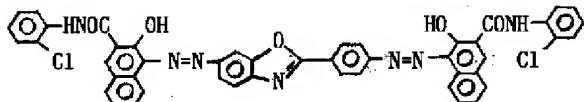
【0030】本発明においては、上述の感光体1、一次帯電手段3、現像手段5及びクリーニング手段9等の構成要素のうち、複数のものをプロセスカートリッジとして一体に結合して構成し、このプロセスカートリッジを複写機やレーザービームプリンター等の電子写真装置本体に対して着脱可能に構成してもよい。例えば一次帯電手段3、現像手段5及びクリーニング手段9の少なくとも1つを感光体1と共に一体に支持してカートリッジ化し、装置本体のレール12等の案内手段を用いて装置本体に着脱可能なプロセスカートリッジ11とすることができる。また、画像露光光4は、電子写真装置が複写機やプリンターである場合には、原稿からの反射光や透過光を用いる、あるいは、センサーで原稿を読み取り、信号化し、この信号に従って行われるレーザービームの走査、LEDアレイの駆動及び液晶シャッターアレイの駆動等により照射される光である。

50 【0031】

【実施例】実施例1

下記構造式を有するビスアゾ顔料2.9gを

【化4】



ブチラール樹脂（ブチラール化度68mol%）3.1gをシクロヘキサン85mlに溶解した液とともにサンドミルで40時間分散し、塗工液を調製した。この塗工液をアルミシート上に乾燥後の膜厚が0.18μmとなるようにマイヤーバーで塗布し、電荷発生層を形成した。

【0032】次に、電荷輸送物質（電荷輸送化合物）として前記例示化合物1を9.5gとポリカーボネート樹脂（重量平均分子量33,000）9gをモノクロルベンゼン72gに溶解し、この液を先の電荷発生層の上にマイヤーバーで塗布し、乾燥後の膜厚が20μmの電荷輸送層を形成し、電子写真感光体を作成した。

【0033】作成した電子写真感光体を川口電機（株）製静電複写紙試験装置Model-SP-428を用いてスタチック方式で-5KVでコロナ帶電し、暗所で1秒間保持した後、照度20LUXで露光し帶電特性を調べた。

【0034】帶電特性としては、表面電位（ V_0 ）と1秒間暗減衰させた時の電位（ V_1 ）を1/5に減衰するのに必要な露光量（ $E_{1/5}$ ）を測定した。

【0035】更に、繰り返し使用した時の明部電位と暗部電位の変動を測定するために本実施例で作成した感光体を、キヤノン（株）製PPC複写機NP-3825の感光体ドラム様シリンダーに貼り付けて、同機で3,000枚複写を行い、初期と3,000枚複写後の明部電位（ V_L ）の変動分△ V_L 及び暗部電位（ V_D ）の変動分△ V_D を測定した。なお、初期の V_D と V_L はそれぞれ-700V、-200Vとなるように設定した。

【0036】また、感光層のクラックの促進試験として、前記のようにして作成した電子写真感光体の表面に指油を付着させ、常温常圧下で8時間放置し、感光層に

クラックが生じているか否かを観察した。

【0037】また、電荷輸送物質の結晶化の促進試験として前記のようにして作成した電子写真感光体の表面に指油を付着させ、75°Cで1週間放置し、電荷輸送物質の結晶化が生じているか否かを観察した。

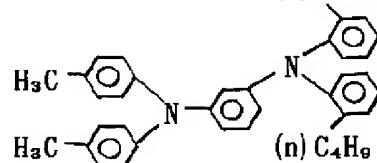
【0038】実施例2～8、比較例1～3

この実施例及び比較例においては、実施例1で用いた例示化合物1の電荷輸送化合物に代えて、実施例においては、後記表1に示す化合物、比較例においては、下記に示す化合物を用いた他は、実施例1と同様の方法によって電子写真感光体を作成した。そして各電子写真感光体の電子写真特性、感光層のクラック及び電荷輸送物質の結晶化の評価を実施例1と同様の方法によって評価した。

【0039】比較例1で用いる化合物A

【化5】

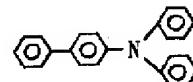
(n) C_4H_9



20

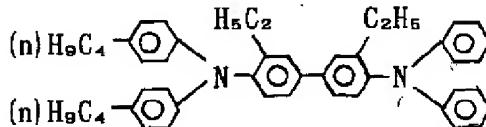
比較例2で用いる化合物B

【化6】



比較例3で用いる化合物C

【化7】



30

【0040】実施例1～8の評価結果を表9及び10に、比較例1～3の評価結果を表11及び12に示す。

【表9】

25

| 例示化 合物 | 初期特性 | 3000枚後の 電位変動 | | | |
|-------------|------|-----------------|---------------|------------------------|---------------------|
| | | V_o (-V) | V_i (-V) | $E_{1/s}$ (lux·sec) | ΔV_d (V) |
| 実施例 1 1 | 705 | 700 | 1.6 | -10 | -5 |
| 実施例 2 7 | 700 | 690 | 1.5 | -10 | +10 |
| 実施例 3 13 | 695 | 690 | 1.5 | -5 | +10 |
| 実施例 4 19 | 690 | 685 | 1.6 | -10 | +10 |
| 実施例 5 32 | 705 | 700 | 1.4 | ±0 | +5 |
| 実施例 6 36 | 705 | 705 | 1.3 | ±0 | ±0 |
| 実施例 7 40 | 700 | 700 | 1.4 | -5 | +5 |
| 実施例 8 42 | 690 | 685 | 1.4 | -5 | +10 |

【表10】

| 例示化 合物 | 感光層のクラック | 電荷輸送物質の結晶化 | | | | | | |
|-------------|----------|------------|----|----|----|----|----|----|
| | | 1H | 2H | 4H | 8H | 1日 | 3日 | 5日 |
| 実施例 1 1 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例 2 7 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例 3 13 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例 4 19 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例 5 32 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例 6 36 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例 7 40 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例 8 42 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |

○: クラックなし、結晶化なし ×: クラックあり、結晶化あり

【表11】

| 例示化 合物 | 初期特性 | 3000枚後の 電位変動 | | | |
|------------|------|-----------------|---------------|------------------------|---------------------|
| | | V_o (-V) | V_i (-V) | $E_{1/s}$ (lux·sec) | ΔV_d (V) |
| 比較例 1 A | 700 | 670 | 1.5 | -20 | +30 |
| 比較例 2 B | 700 | 675 | 1.6 | -25 | +20 |
| 比較例 3 C | 680 | 660 | 1.6 | -30 | +15 |

【表12】

| 例示 化合物 | | 感光層のクラック | | | | 電荷輸送物質の結晶化 | | | |
|-----------|---|----------|----|----|----|------------|----|----|----|
| | | 1H | 2H | 4H | 8H | 1日 | 3日 | 5日 | 7日 |
| 比較例1 | A | ○ | × | — | — | ○ | ○ | ○ | × |
| 比較例2 | B | ○ | ○ | × | — | ○ | ○ | × | — |
| 比較例3 | C | ○ | ○ | × | — | ○ | × | — | — |

○: クラックなし、結晶化なし ×: クラックあり、結晶化あり

表9～表12から、本発明の実施例は比較例に比べ、感光層のクラック及び電荷輸送物質の結晶化が生じず、極めて優れていることが分かる。

【0041】実施例9

アルミニウム支持体上に、N-メトキシメチル化6ナイロン樹脂（重量平均分子量29,000）5.0gとアルコール可溶性共重合ナイロン樹脂（重量平均分子量32,000）13gをメタノール95gに溶解した液をマイヤーバーで塗布し、乾燥後の膜厚が1.2μmの下引き層を形成した。

【0042】次に、オキシチタニルフタロシアニン10g、ポリビニルブチラール樹脂（ブチラール化率72%、重量平均分子量33,000）5.3gとジオキサン90gをポールミルで20時間分散した。この分散液を下引き層の上にブレードコーティングによる塗布、乾燥後の膜厚が0.18μmの電荷発生層を形成した。

【0043】次に、例示化合物9の9g、ポリカーボネートZ型樹脂（重量平均分子量32,000）8.5gをモノクロルベンゼン72gに溶解し、この液を電荷発生層の上にブレードコーティングによる塗布、乾燥後の膜厚が2.2μmの電荷輸送層を形成し、電子写真感光体を作成した。

【0044】作成した電子写真感光体に-5KVのコロナ放電を行った。この時の表面電位（初期電位V₀）を測定した。更に、この感光体を1秒間暗所で放置した後の表面電位を測定した。感度は暗減衰した後の電位V₁を1/6に減衰するのに必要な露光量（E_{1/6} : μJ/cm²）を測定することによって評価した。この際、光源としてガリウム/アルミニウム/ヒ素の三元素半導体レーザー（出力：5mW：発信波長780nm）を用いた。

【0045】次に、同上の半導体レーザーを備えた反転現像方式の電子写真方式プリンターであるレーザービームプリンター（キヤノン（株）製LBP-SXの改造機）に上記感光体を取り付けて、転写電流OFF時の一次帶電電圧をV_{d1}、転写電流ON時の一次帶電電圧をV_{d2}として、いわゆる転写メモリー（V_{d1}-V_{d2}）を測定し、その画像形成テストを行った。条件は以下のとおりである。一次帶電後の表面電位：-700V、像露光後の表面電位：-150V（露光量1.0μJ/cm²）

*2）、転写電位：+700V、現像極性：負極性、プロセススピード：47mm/sec、現像条件（現像バイアス）：-450V、像露光後スキャナ方式：イメージスキャナ、一次帶電前露光：8.0Lux·secの赤色全面露光、画像形成はレーザービームを文字信号及び画像信号に従ってラインスキャナして行ったが、字、画像とともに良好なプリントが得られた。

【0046】また、上記と同様にして作成した電子写真感光体の、感光層のクラック及び電荷輸送物質の結晶化の評価を実施例1と同様の方法によって評価した。結果を表13及び14に示す。

【0047】実施例10～14

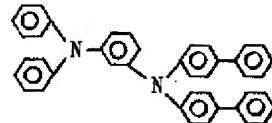
実施例9で用いた例示化合物5に代えて、後記表13に示す化合物を用いた他は、実施例9と同様にして電子写真感光体を作成し、各電子写真感光体の電子写真特性、転写メモリー、感光層のクラック及び電荷輸送物質の結晶化の評価を実施例9と同様の方法によって評価した。結果を表13及び14に示す。

【0048】比較例4～6

30 実施例9で用いた例示化合物5に代えて、下記に示す化合物を用いた他は、実施例9と同様の方法によって電子写真感光体を作成した。そして各電子写真感光体の電子写真特性、転写メモリー、感光層のクラック及び電荷輸送物質の結晶化の評価を実施例9と同様の方法によって評価した。結果を表15及び16に示す。

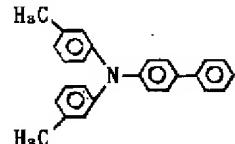
【0049】比較例4で用いる化合物D

【化8】



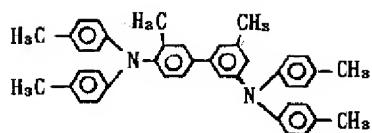
比較例5で用いる化合物E

【化9】



*50 比較例6で用いる化合物F

【化10】



*【0050】

【表13】

*

| 例示化 合物 | 初期特性 | | | 転写メモリ $V_{d1} - V_{d2}$ (V) |
|-----------|---------------|---------------|------------------------|-----------------------------------|
| | V_o (-V) | V_i (-V) | $E_{1/2}$ (lux·sec) | |
| 実施例9 | 9 | 690 | 690 | 1.0 |
| 実施例10 | 18 | 695 | 690 | 0.85 |
| 実施例11 | 26 | 705 | 700 | 0.84 |
| 実施例12 | 31 | 700 | 690 | 0.77 |
| 実施例13 | 35 | 705 | 700 | 0.68 |
| 実施例14 | 39 | 700 | 690 | 0.70 |

【表14】

| 例示化 合物 | 感光層のクラック | | | | 電荷輸送物質の結晶化 | | | |
|-----------|----------|----|----|----|------------|----|----|----|
| | 1H | 2H | 4H | 8H | 1日 | 3日 | 5日 | 7日 |
| 実施例9 | 9 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例10 | 18 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例11 | 26 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例12 | 31 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例13 | 35 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例14 | 39 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |

○: クラックなし、結晶化なし ×: クラックあり、結晶化あり

【表15】

| 例示化 合物 | 初期特性 | | | 転写メモリ $V_{d1} - V_{d2}$ (V) |
|-----------|---------------|---------------|------------------------|-----------------------------------|
| | V_o (-V) | V_i (-V) | $E_{1/2}$ (lux·sec) | |
| 比較例4 | D | 705 | 685 | 1.05 |
| 比較例5 | E | 690 | 680 | 0.95 |
| 比較例6 | F | 690 | 665 | 0.72 |

【表16】

31

32

| 例示化合物 | 1H | 2H | 4H | 8H | 電荷輸送物質の結晶化 | | | |
|-------|----|----|----|----|------------|----|----|----|
| | | | | | 1日 | 3日 | 5日 | 7日 |
| 比較例4 | D | ○ | ○ | × | - | ○ | ○ | ○ |
| 比較例5 | E | ○ | ○ | ○ | × | ○ | ○ | × |
| 比較例6 | F | ○ | ○ | × | - | ○ | × | - |

○: クラックなし、結晶化なし ×: クラックあり、結晶化あり

【0051】実施例15

4-(4-ジメチルアミノフェノール)-2,6-ジフェニルチアピリウムパークレート4.6gと前記例示化合物3の5gを共重合ポリエステル樹脂(重量平均分子量44,000)のトルエン(50重量部)ジオキサン(50重量部)溶液100gに混合し、ポールミルで26時間分散した。この分散液をアルミニウムシート上にマイヤーバーで塗布し120°Cで1時間乾燥させ、膜厚13μmの感光層を形成し、電子写真感光体を作成した。作成した電子写真感光体の初期特性を実施例1と同様の方法で測定した。結果を示す。V₀=-705V、V₁=-695V、E_{1/5}=3.9Lux·sec

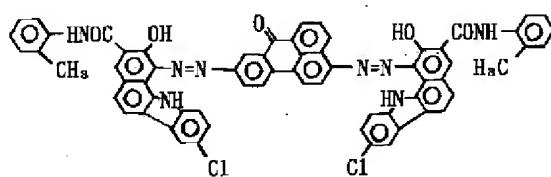
また、実施例1と同様に感光層のクラック及び電荷輸送物質の結晶化の促進試験を同様に行なったところ、クラックに関しては8時間後も全く認められず、また結晶化に関しては1週間後でも全く認められなかった。

【0052】実施例16

アルミニウム支持体上にアルコール可溶性ナイロン(6-6-610-12四元ナイロン共重合体)の35%メタノール溶液を塗布、乾燥後の膜厚が1.5μmの下引き層を形成した。

【0053】次に、例示化合物39の9gとビスフェノールA型ポリカーボネート樹脂(重量平均分子量30,000)9gをモノクロルベンゼン(60重量部)ジクロロメタン(20重量部)溶液82gに溶解し、この液を下引き層上にマイヤーバーで塗布、乾燥後の膜厚が1.9μmの電荷輸送層を形成した。

【0054】次に、下記構造式を有する顔料4gと【化11】



ブチラール樹脂(ブチラール化度65mol%)2.5gをテトラヒドロフラン65ml中にサンドミルで分散した。この分散液を電荷輸送層の上にマイヤーバーで塗布、乾燥後の膜厚が0.8μmの電荷発生層を形成し、電子写真感光体を作成した。作成した電子写真感光体の*

*電子写真特性を実施例1と同様の方法で測定(ただし、帯電はプラス帯電)した。結果を示す。V₀=+700V、V₁=+695V、E_{1/5}=2.3Lux·sec

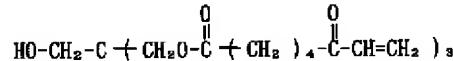
【0055】実施例17

ガラス支持体上に、N-メトキシメチル化6ナイロン樹脂(重量平均分子量28,000)のアルコール可溶性共重合ナイロン樹脂(重量平均分子量26,000)8gをメタノール30g、ブタノール70gの混合溶液に溶解した液を浸漬塗布、乾燥後の膜厚が1μmの下引き層を形成した。

【0056】次に、例示化合物14の11gとビスフェノールA型ポリカーボネート樹脂(重量平均分子量29,000)11gをモノクロルベンゼン(40重量部)ジクロロメタン(60重量部)溶液100gに溶解し、この液を下引き層上にマイヤーバーで塗布、乾燥後の膜厚が1.8μmの電荷輸送層を形成した。

【0057】次に、下記構造式を有するアクリル系モノマー65g、

【化12】



分散前の平均粒径が400オングストロームの酸化スズ超微粒子35g、光開始剤として2-メチルチオキサントン2.5g、メチルセロソルブ280gをサンドミルで79時間分散を行なった。この分散液を感光層の上にビームコーティングにより膜を形成し乾燥した後、高圧水銀灯にて8mW/cm²の光強度で60秒間光硬化を行い、2.5μmの保護層を形成した。このようにして得られた感光層に対し、15°の角度で裏面より光を当てながら透過型顕微鏡にて観察したが、感光層のクラック及び電荷輸送物質の結晶化は起こっていなかった。

【0058】

【発明の効果】本発明の電子写真感光体は、高感度であり、また繰り返し帯電、露光による連続画像形成に際して、明部電位と暗部電位の変動が小さく耐久性に優れている。更に、反転現像系においても転写メモリーが極めて小さく、かつ、感光層のクラックや電荷輸送物質の結晶化が極めて起こりにくいという顕著な効果を奏する。また、プロセスカートリッジ及び電子写真装置に装着して同様に優れた効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

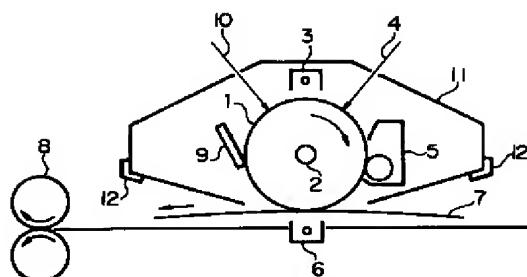
【図1】本発明の電子写真感光体を有するプロセスカートリッジを有する電子写真装置の概略構成を示す図。

【符号の説明】

| | | | |
|---|-------------|---|-------|
| 1 | 本発明の電子写真感光体 | 5 | 現像手段 |
| 2 | 軸 | 6 | 転写手段 |
| 3 | 一次帯電手段 | 7 | 転写材 |
| 4 | 画像露光光 | 8 | 像定着手段 |

| | |
|----|------------|
| 9 | クリーニング手段 |
| 10 | 前露光光 |
| 11 | プロセスカートリッジ |
| 12 | レール |

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 国枝 光弘

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
ノン株式会社内

Fターム(参考) 2H068 AA20 AA21 BA14 FA27 FC01
FC05 FC08 FC11 FC15

DERWENT-ACC- 2000-241281

NO:

DERWENT-WEEK: 200021

COPYRIGHT 2009 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Photoreceptor for
electrophotography having a
photosensitive layer on a
conductive base, the
photosensitive layer includes a
toluarylamine compound

INVENTOR: KANAMARU T; KIKUCHI N ; KUNIEDA M

PATENT-ASSIGNEE: CANON KK [CANO]

PRIORITY-DATA: 1998JP-234899 (August 7, 1998)

PATENT-FAMILY:

| PUB-NO | PUB-DATE | LANGUAGE |
|-----------------|-------------------|-----------------|
| JP 2000056491 A | February 25, 2000 | JA |

APPLICATION-DATA:

| PUB-NO | APPL- DESCRIPTOR | APPL-NO | APPL- DATE |
|---------------|-----------------------------|-------------------|-----------------------|
| JP2000056491A | N/A | 1998JP- 234899 | August 7, 1998 |

INT-CL-CURRENT:

| TYPE | IPC DATE |
|-------------|-----------------|
|-------------|-----------------|

CIPP

G03G5/06 20060101

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 2000056491 A**BASIC-ABSTRACT:**

NOVELTY - In a photoreceptor having a photosensitive layer on a conductive base, the photosensitive layer includes a toluarylamine compound.

DETAILED DESCRIPTION - A process cartridge is manufactured by integrally supporting the photoreceptor and at least one of a charging means, a developing means and a cleaning means, and is arbitrarily mounted and demounted to an electrophotographic device. The electrophotographic device comprises the photoreceptor, the charging means, an image exposing means, the developing means and a transferring means.

USE - None given.

ADVANTAGE - The cracking of a charge transporting layer and the crystallization of a charge transporting material can be prevented even when the photoreceptor is preserved in a copying machine, a laser printer or the like for a long period.

TITLE-TERMS: PHOTORECEIVER ELECTROPHOTOGRAPHIC
PHOTOSENSITISER LAYER CONDUCTING BASE
COMPOUND

DERWENT-CLASS: E13 E14 G08 P84 S06

CPI-CODES: E08-D03; E10-B01A4; G06-A07; G06-F06;

EPI-CODES: S06-A01A;

CHEMICAL-CODES: Chemical Indexing M3 *01*
Fragmentation Code D010 D011 D019
D020 D029 D040 D049 D631 D699 F010
F012 F015 F019 F020 F029 F431 F499
G001 G002 G010 G011 G012 G013 G019
G020 G021 G022 G029 G031 G038 G040
G111 G112 G113 G221 G299 G310 H1
H103 H121 H122 H123 H141 H142 H143
H401 H402 H403 H404 H441 H442 H461
H462 H600 H601 H602 H608 H609 H641
H642 H643 H661 H662 L943 L999 M1
M111 M112 M113 M114 M115 M119 M121
M122 M123 M124 M125 M126 M129 M132
M135 M139 M143 M149 M150 M210 M211
M212 M213 M214 M215 M216 M220 M221
M222 M223 M224 M225 M226 M231 M232
M233 M240 M280 M281 M282 M283 M311
M312 M313 M314 M315 M316 M320 M321
M322 M323 M331 M332 M333 M340 M342
M412 M413 M414 M510 M511 M512 M513
M520 M521 M522 M523 M531 M532 M533
M540 M781 Q344 Q346 Q454 R043
Markush Compounds 0021ID901

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: 2000-073702

Non-CPI Secondary Accession Numbers: 2000-181389